



(19) Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11) EP 1 029 899 A2

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:  
23.08.2000 Patentblatt 2000/34

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>: C09B 67/22, C09B 67/46,  
C08K 5/34

(21) Anmeldenummer: 00102381.1

(22) Anmeldetag: 04.02.2000

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU  
MC NL PT SE  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
AL LT LV MK RO SI  
(30) Priorität: 17.02.1999 DE 19906494

(71) Anmelder: Clariant GmbH  
65929 Frankfurt am Main (DE)

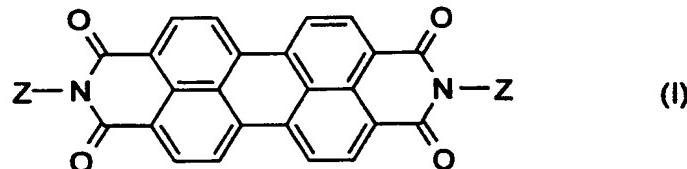
(72) Erfinder:

- Weber, Joachim, Dr.  
65929 Frankfurt (DE)
- Dietz, Erwin, Dr.  
61462 Königstein (DE)

(54) **Pigmentzubereitungen auf Basis von Diketopyrrolopyrrolpigmenten mit basischen Perylendispersatoren**

(57) Pigmentzubereitungen, gekennzeichnet durch einen Gehalt an

- a) mindestens einem Diketopyrrolopyrrolpigment, und
- b) mindestens einem Perylen-Pigmentdispersator der Formel (I)



haben vorteilhafte rheologische und coloristische Eigenschaften.

EP 1 029 899 A2

**Beschreibung**

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft neue Pigmentzubereitungen auf Basis von Diketopyrrolopyrrolpigmenten und basischen Perylendispersatoren mit verbesserten coloristischen und rheologischen Eigenschaften sowie deren Herstellung und Verwendung zum Pigmentieren von hochmolekularen Materialien.

[0002] Pigmentzubereitungen sind Kombinationen von Pigmenten und strukturell zu Pigmenten analogen Pigmentdispersatoren, die mit spezifisch wirksamen Gruppen substituiert sind. Sie werden den Pigmenten zugesetzt, um die Dispergierung in den Anwendungsmedien, insbesondere in Lacken, zu erleichtern und um die rheologischen und coloristischen Eigenschaften der Pigmente zu verbessern. Die Viskosität der hochpigmentierten Lackkonzentrate (Mittelbase) wird erniedrigt und die Flockung der Pigmentteilchen verhindert. Dadurch kann beispielsweise die Transparenz und der Glanz erhöht werden. Dies ist insbesondere bei Metallicpigmenten erwünscht.

[0003] Die JP-A-03-026 767 offenbart basische Sulfonsäureamide von Diketopyrrolopyrrolen und ihren Einsatz als Dispersatoren mit verschiedenen Pigmenten.

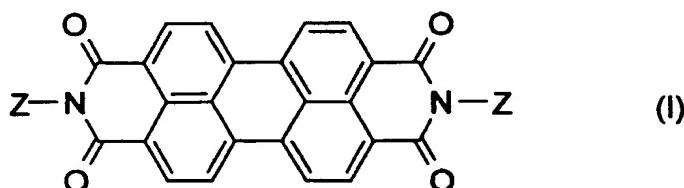
[0004] Die DE-A-197 09 798 offenbart Pigmentzubereitungen mit asymmetrischen, die US-A-4 762 569 beschreibt die Herstellung von Pigmentzubereitungen mit symmetrischen Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäurediimiden. Der Einsatz dieser Perylendispersatoren mit Diketopyrrolopyrrolpigmenten wurde jedoch nicht beschrieben.

[0005] Es bestand bei Diketopyrrolopyrrolpigmenten ein Verbesserungsbedarf und daher die Aufgabe, Pigmentzubereitungen auf Basis Diketopyrrolopyrrolpigmenten zur Verfügung zu stellen, die den heutigen Anforderungen des Standes der Technik im Hinblick auf Coloristik, Rheologie und universelle Anwendbarkeit genügen.

[0006] Es wurde gefunden, daß die Aufgabe überraschenderweise durch Pigmentzubereitungen gelöst wird, die neben dem Diketopyrrolopyrrolpigment bestimmte symmetrische oder asymmetrische Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäurediimide enthalten. Es war nicht vorhersehbar, daß eine Kombination eines Diketopyrrolopyrrolpigments mit einem Pigmentdispersator, der strukturell nicht von einem Diketopyrrolopyrrol abgeleitet ist, Vorteile gegenüber dem reinen Diketopyrrolopyrrolpigment zeigt.

[0007] Gegenstand der Erfindung sind Pigmentzubereitungen, gekennzeichnet durch einen Gehalt an

- a) mindestens einem Diketopyrrolopyrrolpigment oder einem ein Diketopyrrolopyrrolpigment enthaltenden Mischkristall, und
- b) mindestens einem Pigmentdispersator der allgemeinen Formel (I),



40 worin die beiden Reste Z gleich oder verschieden sind und 7 die Bedeutung Z<sup>3</sup> oder Z<sup>4</sup> hat, mit der Maßgabe, daß beide Reste Z nicht gleichzeitig Z<sup>4</sup> bedeuten, und worin

45 Z<sup>3</sup> ein Rest der Formel (Ic) ist,



worin

R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> 55 gleich oder verschieden sind und ein Wasserstoffatom, eine substituierte oder unsubstituierte, oder teil- oder perfluorierte Alkylgruppe mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen, oder eine substituierte oder unsubstituierte, oder teil- oder perfluorierte Alkenylgruppe mit 2 bis 20 Kohlenstoffatomen darstellen, wobei die Substituenten Hydroxy, Phenyl, Cyano, Chlor, Brom, C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>-Acyl oder C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy sein und vorzugsweise 1 bis 4 an der Zahl sein können, oder

- 5      R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> zusammen mit dem N-Atom einen gesättigten, ungesättigten oder aromatischen heterocyclischen Ring bilden, der gegebenenfalls ein weiteres Stickstoff-, Sauerstoff- oder Schwefelatom im Ring enthält; und
- 5      X einen verzweigten oder unverzweigten C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylenrest oder einen C<sub>5</sub>-C<sub>7</sub>-Cycloalkylenrest bedeutet, der durch 1 bis 4 C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkylreste, Hydroxyreste, Hydroxyalkyreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und/oder durch 1 bis 2 weitere C<sub>5</sub>-C<sub>7</sub>-Cycloalkylenreste substituiert sein kann;
- 10     Z<sup>4</sup> Wasserstoff, Hydroxy, Amino, Phenyl, (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkyl-phenyl oder C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-Alkyl ist, wobei der Phenylring und die Alkylgruppe durch ein oder mehrere, z.B. 1, 2, 3 oder 4, Substituenten aus der Gruppe Cl, Br, CN, OH, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, Carbamoyl, C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>-Acyl und C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy, z.B. Methoxy oder Ethoxy, substituiert sein können, der Phenylring auch durch NR<sup>2</sup>R<sup>3</sup> substituiert sein kann, wobei R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> die oben genannten Bedeutungen haben, oder die Alkylgruppe perfluoriert oder teitfluoriert ist.

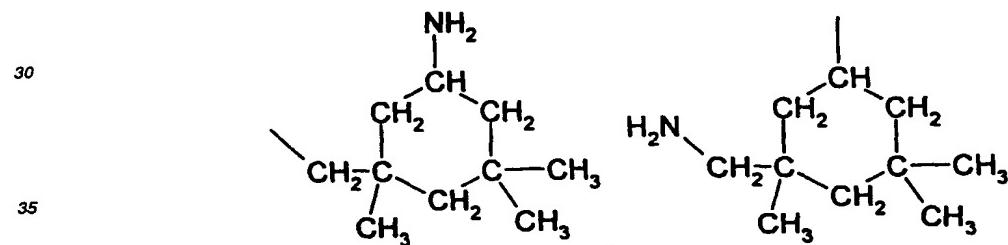
[0008] Je nach Auswahl der Reste Z werden symmetrische oder asymmetrische Pigmentdispergatoren der Formel (I) erhalten, wobei asymmetrische Pigmentdispergatoren der Formel (I) auch solche sind, die unterschiedliche Reste Z<sup>3</sup> haben.

[0009] Von Interesse sind beispielsweise Pigmentdispergatoren der Formel (I), worin X ein C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>-Alkylenrest oder Cyclohexylen bedeutet.

[0010] Von Interesse sind beispielsweise Pigmentdispergatoren der Formel (I), worin

20    R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> unabhängig voneinander ein Wasserstoffatom, eine C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylgruppe, eine durch 1 bis 2 Substituenten aus der Gruppe Hydroxy, Acetyl, Methoxy, Ethoxy, Chlor und Brom substituierte C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylgruppe darstellen, oder R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> zusammen mit dem angrenzenden N-Atom einen Imidazolyl-, Piperidinyl-, Morpholinyl-, Pipecolinyl-, Pyrrolyl-, Pyrrolidinyl-, Pyrazolyl- oder Piperazinyl-Ring bilden.

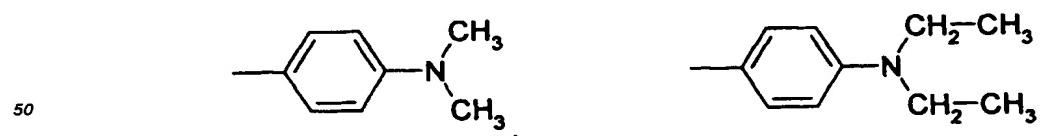
25    [0011] Von besonderem Interesse sind beispielsweise Pigmentdispergatoren der Formel (I), worin Z<sup>3</sup> eine der Bedeutungen -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>NH<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>NH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>CH(CH<sub>3</sub>)-NH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>-C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>.



40    -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-NH-CH<sub>3</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-N(CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-NH-CH<sub>3</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub> oder -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-N(CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> hat.

[0012] Von Interesse sind beispielsweise Pigmentdispergatoren der Formel (I), worin Z<sup>4</sup> Wasserstoff, Amino, Phenyl, Benzyl, mit NR<sup>2</sup>R<sup>3</sup> substituiertes Phenyl oder Benzyl, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkyl oder ein durch 1 bis 2 Substituenten aus der Gruppe Hydroxy, Acetyl, Methoxy und Ethoxy substituiertes C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>-Alkyl, besonders bevorzugt Wasserstoff,

45



55    Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Benzyl, Hydroxyethyl, Hydroxypropyl oder Methoxypropyl ist.

[0013] Die erfindungsgemäß als Pigmentdispergator gemäß b) eingesetzten Perylenverbindungen der allgemeinen Formel (I) lassen sich beispielsweise gemäß der DE-A-197 09 798 oder gemäß der US-A-4 762 569 herstellen.

[0014] Unter der Komponente a) werden Diketopyrrolopyrrolpigmente, Mischungen von mindestens 2, z.B. 2 oder

3, oder Mischungen mit mindestens 1, z.B. 1, 2 oder 3, Diketopyrrolopyrrolpigmenten sowie Diketopyrrolopyrrolpigmente enthaltende Mischkristalle verstanden, die auch als übliche Pigmentzubereitungen vorliegen können.

5 Geeignete Diketopyrrolopyrrole im Sinne der vorliegenden Erfindung sind oder enthalten beispielsweise C.I. Pigment Red 254 (C.I. No. 56 110), C.I. Pigment Red 255 (C.I. No. 56 1050), C.I. Pigment Red 264 (C.I. No. 561 300), C.I. Pigment Red 270, C.I. Pigment Red 272 (C.I. No. 56 1150), C.I. Pigment Orange 71 (C.I. No. 561 200), C.I. Pigment Orange 73 (C.I. No. 561 170). Die Komponente a) kann beispielsweise auch eine Mischung aus einem Diketopyrrolopyrrol- und einem Chinacridon-Pigment sein.

10 [0015] Die Menge der Pigmentdispergatoren gemäß b) der Formel (I) in den erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen kann, soweit die angestrebte Pigmentqualität nicht negativ beeinflußt wird, in weiten Grenzen schwanken, doch kommt im allgemeinen ein Gehalt von 1 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise 2 bis 30 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Pigmentzubereitung, in Betracht.

15 [0016] Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen können noch oberflächenaktive Mittel, sowie weitere übliche Zusatzstoffe enthalten, wie beispielsweise Füllstoffe, Stellmittel, Harze, Entschäumer, Antistaubmittel, Extender, Farbmittel zum Nuancieren, Konservierungsmittel oder Trocknungsverzögerungsmittel.

[0017] Bevorzugte Pigmentzubereitungen im Sinne der vorliegenden Erfindung bestehen im wesentlichen aus

- i) 40 bis 99 Gew.-%, vorzugsweise 70 bis 98 Gew.-%, der Komponente a);
- ii) 1 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise 2 bis 30 Gew.-%, mindestens einem, vorzugsweise 1, 2 oder 3, Pigmentdispergatoren gemäß b) der Formel (I),
- 20 iii) 0 bis 20 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 15 Gew.-% an oberflächenaktiven Mitteln und
- iv) 0 bis 20 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 10 Gew.-% an anderen üblichen Zusatzstoffen,

wobei die Anteile der jeweiligen Komponenten auf das Gesamtgewicht der Zubereitung (100 Gew.-%) bezogen sind.

25 [0018] Als oberflächenaktive Mittel kommen übliche anionische, kationische oder nichtionische Tenside oder Mischungen dieser Mittel in Betracht, als anionaktive Substanzen beispielsweise Fettsäuretauride, Fettsäure-N-methyltauride, Fettsäureisäthionate, Alkybenzolsulfonate, Alkylnaphthalinsulfonate, Alkylphenolpolyglykolethersulfate und Fettalkoholpolyglykolethersulfate; Fettsäuren, z.B. Palmitin-, Stearin- und Ölsäure; Seifen, z.B. Alkalosalze von Fettsäuren, Naphthensäuren und Harzsäuren, z.B. Abietinsäure, alkalilösliche Harze, z.B. kolophoniummodifizierte Maleinatharze und Kondensationsprodukte auf Basis von Cyanurchlorid, Taurin, N,N-Dialkylaminoalkylamin, wie beispielsweise N,N-Diethylaminopropylamin, und p-Phenyldiamin; bevorzugt sind Harzseifen, d.h. Alkalosalze von Harzsäuren. Als kationaktive Substanzen kommen beispielsweise quartärne Ammoniumsalze, Fettaminoxethyle, Fettaminopolyglykolether und Fettamine in Betracht. Als nichtionogene Substanzen kommen beispielsweise Aminoxide, Fettalkoholpolyglykolether, Fettsäurepolyglykolester und Alkyphenolpolyglykolether in Betracht.

30 [0019] Bei den erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen handelt es sich in der Regel um feste Systeme von rieselfähiger, pulverförmiger Beschaffenheit oder um Granulate.

35 [0020] Der erfindungsgemäß erzielbare Dispergiereffekt beruht vermutlich auf einer Modifizierung der Oberflächenstruktur der Basispigmente mit den Pigmentdispergatoren gemäß b). So sind in einer Reihe von Fällen die Wirksamkeit der Pigmentdispergatoren gemäß b) und die Qualität der damit erzeugten Pigmentzubereitungen abhängig vom Zeitpunkt der Zugabe der Pigmentdispergatoren gemäß b) im Herstellungsprozess des Pigments gemäß a). Die 40 Pigmentdispergatoren gemäß b) können gleichzeitig, oder zu verschiedenen Zeitpunkten zugegeben werden oder können vor der Zugabe gemischt werden.

45 [0021] Die Wirksamkeit der Pigmentdispergatoren gemäß b) kann auch von ihrer Teilchengröße und Teilchenform sowie vom Umfang der belegbaren Pigmentoberfläche abhängen. Es kann vorteilhaft sein, die Pigmentdispergatoren gemäß b) erst im Aussicht genommenen Anwendungsmedium dem Pigment gemäß a) zuzufügen. Die jeweilige optimale Konzentration der Pigmentdispergatoren gemäß b) muß durch orientierende Vorversuche ermittelt werden, da die Verbesserung der Eigenschaften der Pigmente gemäß a) nicht immer linear mit der Pigmentdispergatormenge einhergeht.

50 [0022] Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen können Mischungen von einem oder mehreren, vorzugsweise 1 oder 2, Pigmenten gemäß 8) mit einem oder mehreren, vorzugsweise 1 oder 2, der Pigmentdispergatoren gemäß b) sein.

[0023] Gegenstand der Erfindung ist auch ein Verfahren zur Herstellung einer erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung, dadurch gekennzeichnet, daß man den oder die Pigmentdispergator(en) gemäß b) und das oder die Pigment(e) gemäß a) miteinander mischt oder an einem beliebigen Zeitpunkt ihres Herstellungsprozesses aufeinander einwirken läßt.

55 [0024] Der Herstellungsprozeß eines organischen Pigments umfaßt dessen Synthese, gegebenenfalls Feinverteilung, z.B. durch Mahlung oder Umrühren, gegebenenfalls Finish, sowie die Isolierung als Preßkuchen oder als trockenes Granulat oder Pulver. Beispielsweise können die Pigmentdispergatoren gemäß b) vor oder während der Pigmentsynthese, unmittelbar vor oder während einer Feinverteilung oder eines anschließenden Finish zugegeben werden. Dabei

können Temperaturen von beispielsweise 0 bis 200 °C auftreten. Selbstverständlich können die Pigmentdispergatoren gemäß b) auch in Teilportionen zu unterschiedlichen Zeiten zugegeben werden.

[0025] Die Zugabe der Pigmentdispergatoren gemäß b) im Rahmen einer Feinverteilung erfolgt beispielsweise vor oder während einer Trockenmahlung eines Rohpigments mit oder ohne zusätzliche Mahlhilfsmittel auf einer Roll- oder Schwingmühle, oder vor oder während einer Naßmahlung eines Rohpigments in wäßrigem, wäßrigorganischem oder organischem Mahlmedium, beispielsweise auf einer Perlzmühle.

[0026] Gleichfalls bewährt hat sich die Zugabe der Pigmentdispergatoren gemäß b) vor oder nach einem Finish des Pigments gemäß a) in wäßrigem, wäßrig-alkalischem, wäßrig-organischem oder organischem Medium. Die Pigmentdispergatoren gemäß b) können auch dem wasserfeuchten Pigmentpreßkuchen vor der Trocknung zugesetzt und eingearbeitet werden, wobei die Pigmentdispergatoren gemäß b) selbst ebenfalls als Preßkuchen vorliegen können. Es ist weiterhin möglich, Trockenmischungen von Pulvern oder Granulaten der Pigmentdispergatoren gemäß b) mit dem Pulver oder Granulat eines oder mehrerer Pigmente gemäß a) vorzunehmen.

[0027] Die nach der vorliegenden Erfindung erhältlichen Pigmentzubereitungen zeichnen sich aus durch ihre hervorragenden coloristischen und rheologischen Eigenschaften, insbesondere beispielsweise durch eine hervorragende Rheologie, hohe Flockungsstabilität, hohe Transparenz, leichte Dispergierbarkeit, gutes Glanzverhalten, hohe Farbstärke, einwandfreie Überlackier- und Lösemitteleigenschaften sowie sehr gute Wetterechtheit. Sie sind für den Einsatz sowohl in lösemittelhaltigen als auch in wäßrigen Systemen geeignet.

[0028] Die erfindungsgemäß hergestellten Pigmentzubereitungen lassen sich zum Pigmentieren von hochmolekularen organischen Materialien natürlicher oder synthetischer Herkunft einsetzen, z.B. von Kunststoffen, Harzen, Lacken, Anstrichfarben oder elektrophotographischen Tonern und Entwicklern, sowie von Tinten und Druckfarben.

[0029] Hochmolekulare organische Materialien, die mit den genannten Pigmentzubereitungen pigmentiert werden können, sind beispielsweise Celluloseether und -ester, wie Ethylcellulose, Nitrocellulose, Celluloseacetat oder Cellulosebutyrat, natürliche Harze oder Kunstharze, wie Polymerisationsharze oder Kondensationsharze, z.B. Aminoplaste, insbesondere Harnstoff- und Melaminformaldehydharze, Alkydharze, Acrylharze, Phenoplaste, Polycarbonate, Polyolefine, wie Polystyrol, Polyvinylchlorid, Polyethylen, Polypropylen, Polyacrylnitril, Polyacrylsäureester, Polyamide, Polyurethane oder Polyester, Gummi, Casein, Silikon und Silikonharze, einzeln oder in Mischungen.

[0030] Dabei spielt es keine Rolle, ob die erwähnten hochmolekularen organischen Verbindungen als plastische Massen, Schmelzen oder in Form von Spinnlösungen, Lacken, Anstrichstoffen oder Druckfarben vorliegen. Je nach Verwendungszweck erweist es sich als vorteilhaft, die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen als Blend oder in Form von Präparationen oder Dispersionen zu benutzen. Bezogen auf das zu pigmentierende, hochmolekulare organische Material setzt man die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen in einer Menge von vorzugsweise 0,05 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 10 Gew.-% ein.

[0031] Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen sind auch geeignet als Farbmittel in elektrophotographischen Tonern und Entwicklern, wie z.B. Ein- oder Zweikomponentenpulvertönen (auch Ein- oder Zweikomponentenphotography and Development Physics"; Springer Series in Electrophysics 14, Springer Verlag, 2nd edition, 1992).

[0032] Typische Tonerbindemittel sind Polymerisations-, Polyadditions- und Polykondensationsharze, wie Styrol-, Styrolacrylat-, Styrolbutadien-, Acrylat-, Polyester-, Phenol-Epoxydharze, Polysulfone, Polyurethane, einzeln oder in Kombination, sowie Polyethylen und Polypropylen, die noch weitere Inhaltsstoffe, wie Ladungssteuermittel, Wachse oder Fließhilfsmittel, enthalten können oder im Nachhinein mit diesen Zusätzen modifiziert werden.

[0033] Des Weiteren sind die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen geeignet als Farbmittel in Pulver und Pulverlacken, insbesondere in triboelektrisch oder elektrokinetisch versprühbaren Pulverlacken, die zur Oberflächenbeschichtung von Gegenständen aus beispielsweise Metall, Holz, Kunststoff, Glas, Keramik, Beton, Textilmaterial, Papier oder Kautschuk zur Anwendung kommen (J.F. Hughes, "Electrostatics Powder Coating" Research Studies, John Wiley & Sons, 1984).

[0034] Als Pulverlackharze werden typischerweise Epoxidharze, carboxyl- und hydroxylgruppenhaltige Polyesterharze, Polyurethan- und Acrylharze zusammen mit üblichen Härtern eingesetzt. Auch Kombinationen von Harzen finden Verwendung. So werden beispielsweise häufig Epoxidharze in Kombination mit carboxyl- und hydroxylgruppenhaltigen Polyesterharzen eingesetzt. Typische Härterkomponenten (in Abhängigkeit vom Harzsystem) sind beispielsweise Säureanhydride, Imidazole sowie Dicyandiamid und deren Abkömlinge, verkappte Isocyanate, Bisacylurethane, Phenol- und Melaminharze, Triglycidylisocyanurate, Oxazoline und Dicarbonsäuren.

[0035] Außerdem sind die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen als Farbmittel in Ink-Jet Tinten auf wäßriger und nichtwäßriger Basis sowie in solchen Tinten, die nach dem hot-melt-Verfahren arbeiten, geeignet.

[0036] Weiterhin sind die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen auch als Farbmittel für Farbfilter sowohl für die additive wie subtraktive Farberzeugung geeignet.

[0037] Es ist auch möglich, daß erst im Anwendungsmedium die Pigmentdispergatoren gemäß b) dem Pigment gemäß a), oder umgekehrt, zugegeben werden. Gegenstand der Erfindung ist daher auch eine Pigmentpräparation, bestehend im wesentlichen aus dem besagten Pigment gemäß a), den besagten Pigmentdispergatoren gemäß b),

dem besagten hochmolekularen organischen Material, insbesondere Lack, gegebenenfalls oberflächenaktiven Mitteln und/oder weiteren üblichen Zusatzstoffen. Die Gesamtmenge an Pigment gemäß a) plus Pigmentdispergatoren gemäß b) ist zweckmäßigerverweise 0,05 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Pigmentpräparation.

- 5 [0038] Zur Beurteilung der Eigenschaften der nach der Erfindung hergestellten Pigmentzubereitungen auf dem Lacksektor wurden aus der Vielzahl der bekannten Lacks ein aromatenhaltiger Alkydmelaminharzlack (AM) auf Basis eines mittelölgigen Alkydharzes und eines butanolveretherten Melaminharzes, ein Polyesterlack (PE) auf Basis von Celluloseacetobutyrat und eines Melaminharzes, ein High-Solid-Acrylharzeinbrennlack auf Basis einer nichtwäßrigen Dispersion (HS) sowie ein wäßriger Lack auf Polyurethanbasis (PUR) ausgewählt.  
 10 [0039] Die Bestimmung der Farbstärke und des Farbtöns erfolgte nach DIN 55986. Die Rheologie des Mahlguts nach der Dispergierung (Millbase-Rheologie) wurde visuell anhand der folgenden fünfstufigen Skala bewertet

|      |                 |
|------|-----------------|
| 5    | dünnflüssig     |
| 4    | flüssig         |
| 15 3 | dickflüssig     |
| 2    | leicht gestockt |
| 1    | gestockt        |

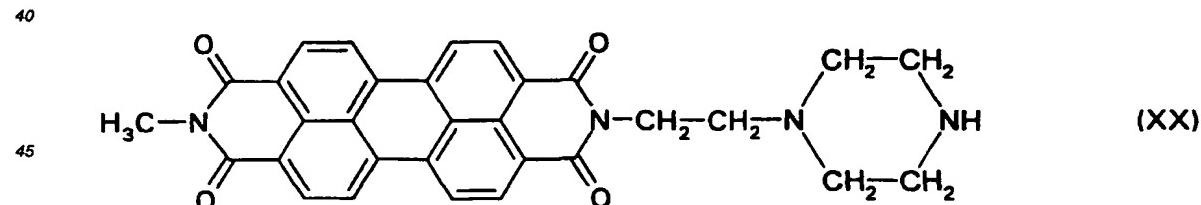
- [0040] Nach dem Verdünnen des Mahlguts auf die Pigmentendkonzentration wurde die Viskosität mit dem Viskosimeter nach Rossmann, Typ 301 der Firma Erichsen beurteilt. Glanzmessungen erfolgten an Folienaufgüssen unter einem Winkel von 20° nach DIN 67530 (ASTMD 523) mit dem "multigloss"-Glanzmeßgerät der Firma Byk-Mallinckrodt. Die Bestimmung der Lösemittelechtheit erfolgte nach DIN 55976. Die Bestimmung der Überlackierechtheit erfolgte nach DIN 53221.  
 20 [0041] In den nachfolgenden Beispielen beziehen sich Teile jeweils auf Gewichtsteile und Prozente jeweils auf Gewichtsprozente der so beschriebenen Substanzen.

#### Beispiel 1a

- [0042] In einem Autoklaven werden 900 Teile Wasser vorgelegt, 40,5 Teile Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäuremonoanhydridmonomethylimid eingetragen und 51,6 Teile N-(2-Aminoethyl)-piperazin zugegeben. Anschließend wird unter Druck auf 150°C erhitzt und 5 Stunden bei 150 °C gerührt. Nach dem Abkühlen auf 25 °C wird der Pigmentdispergator abgesaugt und mit Wasser neutral gewaschen.  
 30 Man erhält 133,5 Teile Presskuchen Pigmentdispergator 39,4 %ig. Ein Teil wird bei 80°C getrocknet.

35 Analyse: Ber.: 10,6 % N  
 Gef.: 10,3 % N

<sup>1</sup>H-NMR (D<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>): δ 8,7; 6,6; 6,4; 4,5; 3,8; 3,5; 3,2 ppm.



50

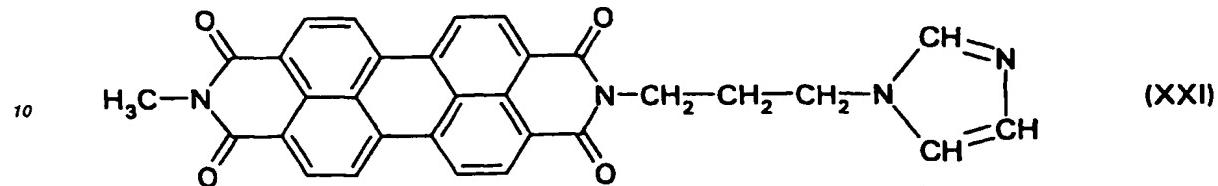
#### Beispiel 1b

- [0043] 20 Teile eines handelsüblichen Diketopyrrolopyrrol-Pigments (C.I. Pigment Red 264) werden mit 1 Teil Pigmentdispergator der Formel XX, hergestellt gemäß Beispiel 1a, mechanisch gemischt.  
 55 [0044] Man erhält eine Pigmentzubereitung, die im HS-Lack transparente und farbstarke Lackierungen liefert. Die Viskosität beträgt 1,7 s. Die Glanzmessung ergibt den Wert 70. Die Metalliclackierung ist farbstark und brillant.

## Beispiel 2a

[0045]

5



- 15 [0046] In einem Autoklaven werden 900 Teile Wasser vorgelegt, 40,5 Teile Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäuremonoanhydridmonomethylimid eingetragen und 50 Teile 1-(3-Aminopropyl)-imidazol zugegeben. Anschließend wird unter Druck auf 150 °C erhitzt und 5 Stunden bei 150°C gerührt. Nach dem Abkühlen auf 25 °C wird der Pigmentdispergator abgesaugt und mit Wasser neutral gewaschen.
- 20 Man erhält 164 Teile Presskuchen Pigmentdispergator 31,4 %ig. Ein Teil wird bei 80°C getrocknet.

Analyse: Ber.: 10,9 % N  
Gef.: 10,9 % N

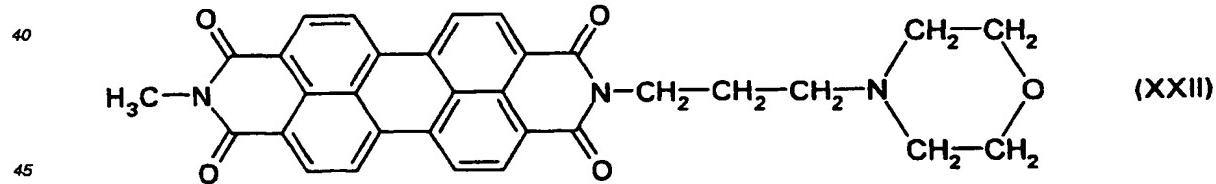
25 <sup>1</sup>H-NMR (D<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>): δ 8,7; 8,0; 7,0; 4,1; 4,0; 3,5; 2,1 ppm.

## Beispiel 2b

- 30 [0047] 20 Teile eines handelsüblichen Diketopyrrolopyrrol-Pigments (C.I. Pigment Red 264) werden mit 1 Teil Pigmentdispergator der Formel XXI, hergestellt gemäß Beispiel 2a, mechanisch gemischt.  
Man erhält eine Pigmentzubereitung, die im HS-Lack transparente und farbstarke Lackierungen liefert. Die Viskosität beträgt 4,5 s. Die Glanzmessung ergibt den Wert 70. Die Metalliclackierung ist farbstark und brillant. Die Lösemittelechtheit der Pigmentzubereitung ist sehr gut.

## 35 Beispiel 3a

[0048]



- 50 [0049] In einem Autoklaven werden 900 Teile Wasser vorgelegt, 40,5 Teile Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäuremonoanhydridmonomethylimid eingetragen und 57,6 Teile N-(3-Aminopropyl)-morpholin zugegeben. Anschließend wird unter Druck auf 150 °C erhitzt und 5 Stunden bei 150 °C gerührt. Nach dem Abkühlen auf 25 °C wird der Pigmentdispergator abgesaugt und mit Wasser neutral gewaschen.
- Man erhält 330,5 Teile Presskuchen Pigmentdispergator 16,8 %ig. Ein Teil wird bei 80 °C getrocknet.

55 Analyse: Ber.: 7,9 % N  
Gef.: 7,7 % N

<sup>1</sup>H-NMR (D<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>): δ 8,7; 4,2; 3,9; 3,6; 3,5; 3,2; 3,0; 2,9; 2,0 ppm.

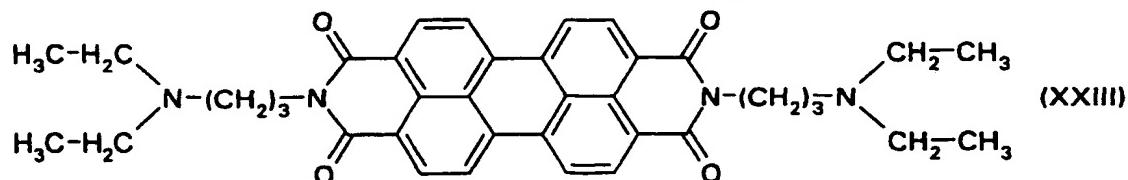
## Beispiel 3b

[0050] 20 Teile eines handelsüblichen Diketopyrrolopyrrol-Pigments (C.I. Pigment Red 264) werden mit 1 Teil Pigmentdispersator der Formel XXII, hergestellt gemäß Beispiel 3a, mechanisch gemischt.

5 Man erhält eine Pigmentzubereitung, die im HS-Lack transparente und farbstarke Lackierungen liefert. Die Viskosität beträgt 2,3 s. Die Glanzmessung ergibt den Wert 76. Die Metalliclackierung ist farbstark und brillant.

## Beispiel 4a

10 [0051]



20 [0052] Der Pigmentdispersator der Formel XXIII wird gemäß US-PS 4,762,569, Beispiel 1, hergestellt.

Analyse: Ber.: 9,1 % N  
Gef.: 8,8 % N

25  $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{D}_2\text{SO}_4$ ):  $\delta$  8,7; 4,1; 2,9; 2,8; 1,9 und 0,9 ppm

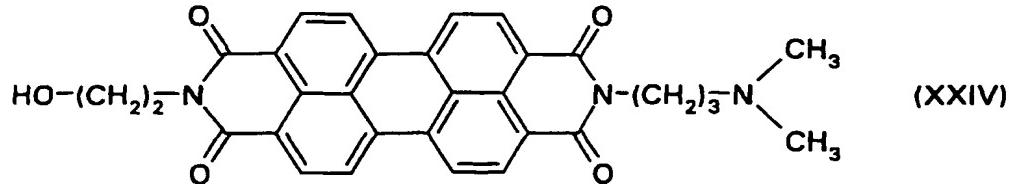
## Beispiel 4b

30 [0053] 20 Teile eines handelsüblichen Diketopyrrolopyrrol-Pigments (C.I. Pigment Red 264) werden mit 1 Teil Pigmentdispersator der Formel XXIII, hergestellt gemäß Beispiel 4a, mechanisch gemischt.

Man erhält eine Pigmentzubereitung, die im HS-Lack transparente und farbstarke Lackierungen liefert. Die Viskosität beträgt 1,4 s. Die Glanzmessung ergibt den Wert 77. Die Metalliclackierung ist farbstark und brillant.

35 Beispiel 5a

[0054]



50 [0055] In einem Autoklaven werden 300 Teile Wasser vorgelegt, 22,7 Teile Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäuremonoanhydridmonohydroxyethylimid eingetragen und 10,2 Teile Dimethylaminopropylamin zugegeben. Anschließend wird unter Druck auf 150°C erhitzt und 5 Stunden bei 150°C gehalten. Nach dem Abkühlen auf 25°C wird der Pigmentdispersator abgesaugt und mit Wasser neutral gewaschen.

Man erhält 81,4 Teile Presskuchen Pigmentdispersator 32,7 %ig. Ein Teil wird bei 80°C getrocknet.

55

Analyse: Ber.: 8,1 % N  
Gef.: 7,9 % N

<sup>1</sup>H-NMR (D<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>): 8 8,7; 5,2; 4,5; 4,4; 4,2; 2,9; 2,5; 2,0 ppm.

Beispiel 5b

5 [0056] 20 Teile eines handelsüblichen Diketopyrrolopyrrol-Pigments (C.I. Pigment Red 264) werden mit 1 Teil Pigmentdispergator der Formel XXIV, hergestellt gemäß Beispiel 5a, mechanisch gemischt.

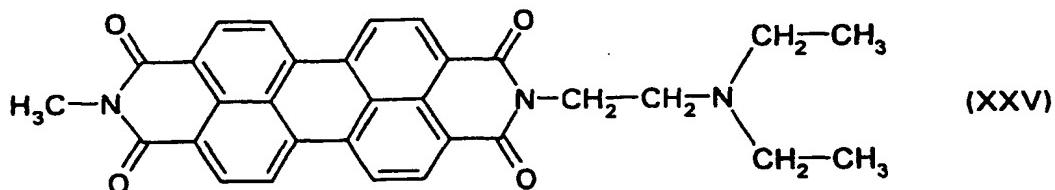
10 [0057] Man erhält eine Pigmentzubereitung, die im HS-Lack transparente und farbstarke Lackierungen liefert. Im PUR-Lack werden ebenfalls transparente und farbstarke Lackierungen erhalten, auch die Metalliclackierung ist farbstark. Die Lösemittelechtheit der Pigmentzubereitung ist sehr gut.

Beispiel 6a

[0058]

15

20



25

[0059] In einem Autoklaven werden 450 Teile Wasser vorgelegt, 37 Teile Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäuremonoanhydridmonomethylimid eingetragen und 20,9 Teile Diethylaminoethylamin zugegeben. Anschließend wird unter Druck auf 150 °C erhitzt und 5 Stunden bei 150 °C gerührt. Nach dem Abkühlen auf 25 °C wird der Pigmentdispergator abgesaugt und mit Wasser neutral gewaschen.

30 Man erhält 153,6 Teile Presskuchen Pigmentdispergator 29,7 %ig. Ein Teil wird bei 80 °C getrocknet.

Analyse: Ber.: 8,3 % N  
Gef.: 8,7 % N

35

<sup>1</sup>H-NMR (D<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>): 8 8,7; 4,4; 3,5; 3,2; 3,0; 1,0 ppm.

Beispiel 6b

40 [0060] 20 Teile eines handelsüblichen Diketopyrrolopyrrol-Pigments (C.I. Pigment Red 264) werden mit 1 Teil Pigmentdispergator der Formel XXV, hergestellt gemäß Beispiel 6a, mechanisch gemischt. Man erhält eine Pigmentzubereitung, die im HS-Lack transparente und farbstarke Lackierungen liefert. Die Viskosität beträgt 1,5 s. Die Glanzmessung ergibt den Wert 82. Die Metalliclackierung ist farbstark und brillant. Die Lösemittelechtheit der Pigmentzubereitung ist sehr gut.

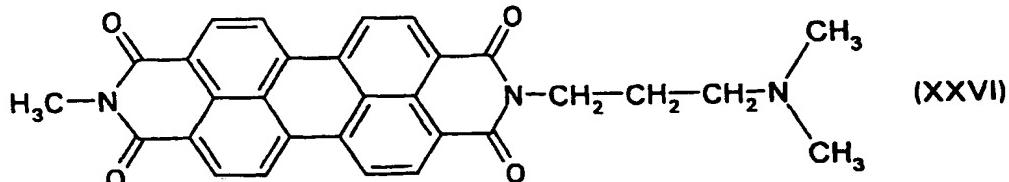
45

Beispiel 7a

[0061]

50

55



[0062] In einem Autoklaven werden 900 Teile Wasser vorgelegt, 60,8 Teile Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäuremonoanhydridmonomethylimid eingetragen und 30,6 Teile Dimethylaminopropylamin zugegeben. Anschließend wird unter Druck auf 150 °C erhitzt und 5 Stunden bei 150 °C gerührt. Nach dem Abkühlen auf 25 °C wird der Pigmentdispersator abgesaugt und mit Wasser neutral gewaschen.

Man erhält 209,1 Teile Presskuchen Pigmentdispersator 34,0 %ig. Ein Teil wird bei 80 °C getrocknet.

Analyse: Ber.: 8,6 % N  
Gef.: 8,3 % N

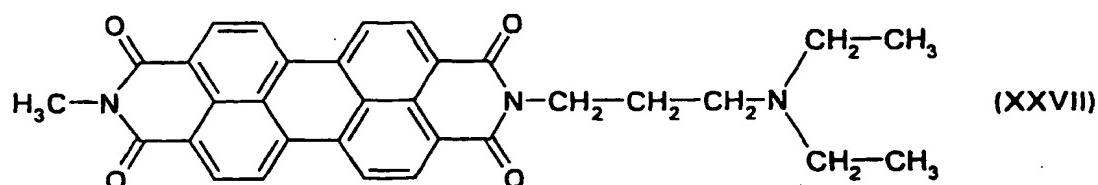
<sup>10</sup> <sup>1</sup>H-NMR ( $D_2SO_4$ ): δ 8,7; 4,1; 3,5; 2,9; 2,5; 1,9 ppm.

### Beispiel 7b

[0063] 20 Teile eines handelsüblichen Diketopyrrolopyrrol-Pigments (C.I. Pigment Red 264) werden mit 1 Teil Pigmentdispersator der Formel XXVI, hergestellt gemäß Beispiel 7a, mechanisch gemischt. Man erhält eine Pigmentzubereitung, die im HS-Lack transparente und farbstarke Lackierungen liefert. Die Viskosität beträgt 1,0 s. Die Glanzmessung ergibt den Wert 82. Die Metalliclackierung ist farbstark und brillant. Die Lösemittelechtheit der Pigmentzubereitung ist sehr gut.

### Beispiel 8a

#### [0064]



[0065] In einem Autoklaven werden 900 Teile Wasser vorgelegt, 60,8 Teile Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäuremonoanhydridmonomethylimid eingetragen und 39 Teile Diethylaminopropylamin zugegeben. Anschließend wird unter Druck auf 150 °C erhitzt und 5 Stunden bei 150 °C gerührt. Nach dem Abkühlen auf 25 °C wird der Pigmentdispersator abgesaugt und mit Wasser neutral gewaschen.

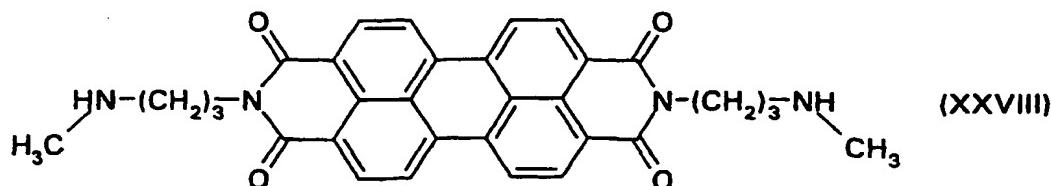
Man erhält 274,9 Teile Presskuchen Pigmentdispersator 25,8 %ig. Ein Teil wird bei 80 °C getrocknet.

Analyse: Ber.: 8,1 % N  
Gef.: 8,0 % N

<sup>1</sup>H-NMR ( $D_2SO_4$ ): δ 8,7; 4,1; 3,5; 2,8; 1,9; 0,9 ppm.

### Beispiel 8b

#### [0066]



[0067] In einem Autoklaven werden 500 Teile Wasser vorgelegt, 189,7 Teile Presskuchen Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäuredianhydrid 20,7 %ig eingetragen und 26,4 Teile Methylaminopropylamin zugegeben. Anschließend wird unter Druck auf 150 °C erhitzt und 5 Stunden bei 150 °C gerührt. Nach dem Abkühlen auf 25 °C wird der Pigmentdispersator abgesaugt und mit Wasser neutral gewaschen.

Man erhält 145,8 Teile Presskuchen Pigmentdispersator 38,8 %ig. Ein Teil wird bei 80 °C getrocknet.

Analyse: Ber.: 10,5 % N  
Gef.: 10,4 % N

<sup>10</sup>  $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{D}_2\text{SO}_4$ ): δ 8,5; 5,6; 4,0; 2,7; 2,3; 1,8 ppm.

## Beispiel 8c

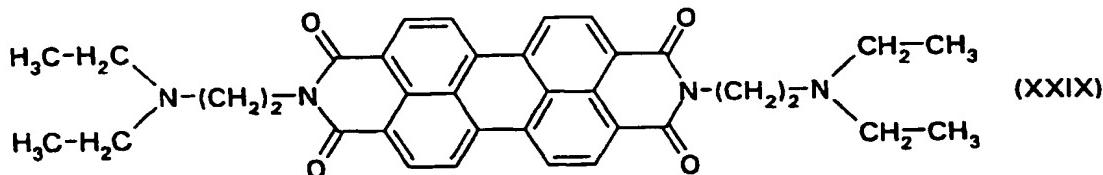
[0068] 20 Teile eines handelsüblichen Diketopyrrolopyrrol-Pigments (C.I. Pigment Red 264) werden mit 1 Teil Pigmentdispersator der Formel XXVII, hergestellt gemäß Beispiel 8a, und mit 1 Teil Pigmentdispersator der Formel XXVIII, hergestellt gemäß Beispiel 8b, mechanisch gemischt.

[0069] Man erhält eine Pigmentzubereitung, die im HS-Lack transparente und farbstarke Lackierungen liefert. Die Rheologie wird mit 4 bewertet, die Viskosität beträgt 1,9 s. Die Glanzmessung ergibt den Wert 82. Die Metalliclackierung ist farbstark und brillant.

Mit dem für die Pigmentzubereitung verwendeten handelsüblichen Diketopyrrolopyrrolpigment (C.I. Pigment Red 264) wurde im HS-Lack ebenfalls eine Lackierung hergestellt. Der Vergleich der Lackierungen ergibt, daß ohne Einsatz eines Pigmentdispersators die Lackierung deckender ist, die Rheologie wird nur mit 3 bewertet, die Viskosität ist so hoch, daß sie mit dem Viskospatel nicht meßbar ist, der Glanzmessung ergibt einen Wert von lediglich 23 und die Metalliclackierung ist farbschwächer und fahl.

## Beispiel 9a

<sup>30</sup> [0070]



<sup>40</sup>

[0071] In einem Autoklaven werden 500 Teile Wasser vorgelegt, 189,7 Teile Presskuchen Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäuredianhydrid 20,7 %ig eingetragen und 34,8 Teile Diethylaminoethylamin zugegeben. Anschließend wird unter Druck auf 150 °C erhitzt und 5 Stunden bei 150 °C gerührt. Nach dem Abkühlen auf 25 °C wird der Pigmentdispersator abgesaugt und mit Wasser neutral gewaschen.

Man erhält 130 Teile Presskuchen Pigmentdispersator 43,2 %ig. Ein Teil wird bei 80 °C getrocknet.

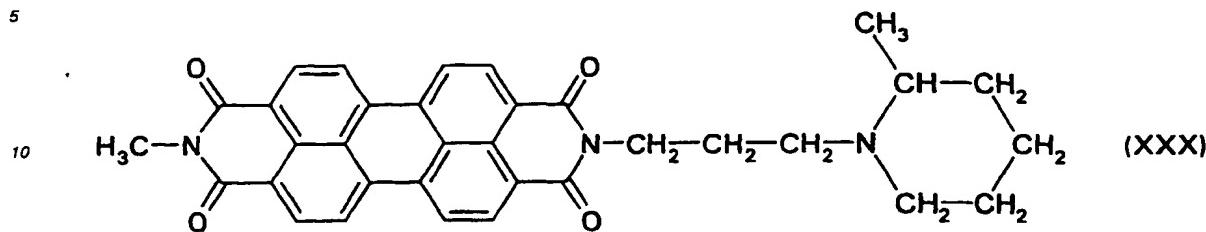
Analyse: Ber.: 9,5 % N  
Gef.: 9,5 % N

<sup>50</sup>  $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{D}_2\text{SO}_4$ ): δ 8,5; 4,2; 3,0; 2,8; 0,8 ppm.

<sup>55</sup>

## Beispiel 9b

[0072]



- [0073] In einem Autoklaven werden 900 Teile Wasser vorgelegt, 40,5 Teile Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäuremonoanhydridmonomethylimid eingetragen und 62,4 Teile 1-(3-Aminopropyl)-2-pipecolin zugegeben. Anschließend wird unter Druck auf 150 °C erhitzt und 5 Stunden bei 150°C gerührt. Nach dem Abkühlen auf 25 °C wird der Pigmentdispersator abgesaugt und mit Wasser neutral gewaschen.
- 20 Man erhält 189,8 Teile Presskuchen Pigmentdispersator 31,1 %ig. Ein Teil wird bei 80°C getrocknet.

Analyse: Ber.: 7,7 % N  
Gef.: 7,7 % N

25  $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{D}_2\text{SO}_4$ ):  $\delta$  8,7; 4,1; 3,5; 3,1; 2,8; 2,5; 1,9; 1,3 ppm.

## Beispiel 9c

- [0074] 20 Teile eines handelsüblichen Diketopyrrolopyrrol-Pigments (C.I. Pigment Red 264) werden mit 1 Teil Pigmentdispersator der Formel XXIX, hergestellt gemäß Beispiel 9a, und mit 1 Teil Pigmentdispersator der Formel XXX, hergestellt gemäß Beispiel 9b, mechanisch gemischt.  
Man erhält eine Pigmentzubereitung, die im HS-Lack transparente und farbstarke Lackierungen liefert. Die Viskosität beträgt 1,3 s. Die Glanzmessung ergibt den Wert 80. Die Metalliclackierung ist farbstark und brillant.  
Im PE-Lack liefert die Pigmentzubereitung ebenfalls transparente und farbstarke Lackierungen, auch die Metalliclackierung ist farbstark und brillant.  
Mit dem für die Pigmentzubereitung verwendeten handelsüblichen Diketopyrrolopyrrolpigment (C.I. Pigment Red 264) wurde im PE-Lack ebenfalls eine Lackierung hergestellt. Der Vergleich der Lackierungen im PE-Lack ergibt, daß ohne Einsatz eines Pigmentdispersators die Lackierung wesentlich deckender und farbschwächer ist, auch die Metalliclackierung ist farbschwächer und fahl.

## 40 Beispiel 10a

- [0075] In einem Autoklaven werden 500 Teile Wasser vorgelegt, 189,7 Teile Presskuchen Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäuredianhydrid 20,7 %ig eingetragen und 52 Teile Diethylaminopropylamin zugegeben. Anschließend wird unter Druck auf 150 °C erhitzt und 5 Stunden bei 150 °C gerührt. Nach dem Abkühlen auf 25 °C wird der Pigmentdispersator abgesaugt und mit Wasser neutral gewaschen.  
Man erhält 138,2 Teile Presskuchen Pigmentdispersator 45,2 %ig der in Beispiel 4a abgebildeten Formel XXIII. Ein Teil wird bei 80°C getrocknet.

50 Analyse: Ber.: 9,1 % N  
Gef.: 9,1 % N

$^1\text{H-NMR}$  ( $\text{D}_2\text{SO}_4$ ):  $\delta$  8,7; 4,1; 2,8; 1,9 und 0,9 ppm

## 55 Beispiel 10b

- [0076] 10 Teile eines handelsüblichen Diketopyrrolopyrrol-Pigments (C.I. Pigment Red 254) werden mit 1 Teil Pigmentdispersator der Formel XXIII, hergestellt gemäß Beispiel 10a, mechanisch gemischt.

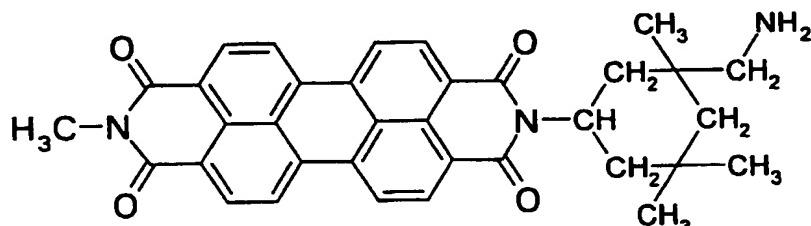
Man erhält eine Pigmentzubereitung, die im HS-Lack transparente und farbstarke Lackierungen liefert. Die Viskosität beträgt 1.5 s. Die Metalliclackierung ist farbstark und brillant.

## Beispiel 11a

5

[0077]

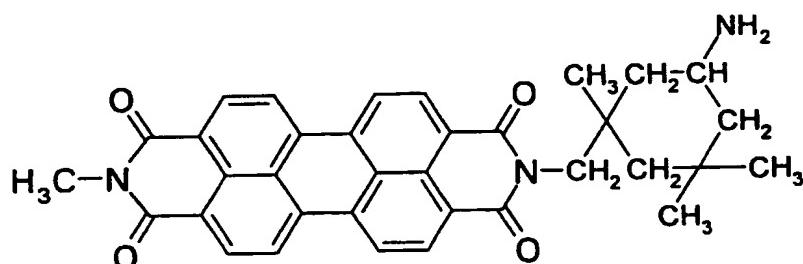
10



(XXXI)

15

20



25

30

- [0078] In einem Autoklaven werden 900 Teile Wasser vorgelegt, 40,5 Teile Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäuremonoanhydridmonomethylimid eingetragen und 68 Teile Isophorondiamin zugegeben. Anschließend wird unter Druck auf 150 °C erhitzt und 5 Stunden bei 150 °C gerührt. Nach dem Abkühlen auf 25 °C wird der Pigmentdispersator abgesaugt und mit Wasser neutral gewaschen.
- 35 Man erhält 215,9 Teile Presskuchen Pigmentdispersator 24,9 %ig, der aus einem Gemisch gemäß Formel XXXI besteht. Ein Teil wird bei 80 °C getrocknet.

Analyse: Ber.: 7,5 % N  
Gef.: 7,3 % N

40  $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{D}_2\text{SO}_4$ ):  $\delta$  8,7; 4,0; 3,5; 3,2; 2,6; 2,0; 1,6; 1,4; 1,2; 1,0; 0,8; 0,7 ppm

## Beispiel 11b

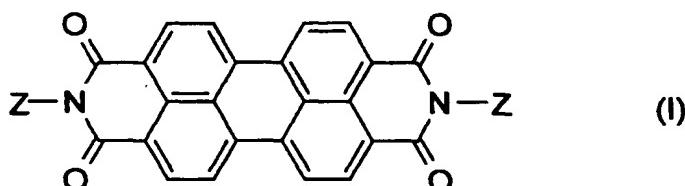
- 45 [0079] 30 Teile eines handelsüblichen Diketopyrrolopyrrol-Pigments (C.I. Pigment Red 264) werden mit 1,5 Teilen Pigmentdispersator der Formel XXXI, hergestellt gemäß Beispiel 11a mechanisch gemischt. Man erhält eine Pigmentzubereitung, die im AM-Lack transparente und farbstarke Lackierungen liefert. Die Viskosität beträgt 6.5 s. Die Glanzmessung ergibt den Wert 70. Die Überlackiertheit ist sehr gut. Mit dem für die Pigmentzubereitung verwendeten handelsüblichen Diketopyrrolopyrrolpigment (C.I. Pigment Red 264) 50 wurde im AM-Lack ebenfalls eine Lackierung hergestellt. Der Vergleich der Lackierungen im AM-Lack ergibt, daß ohne Einsatz eines Pigmentdispersators die Lackierung wesentlich deckender ist, die Viskosität ist so hoch, daß sie mit dem Viskospatел nicht meßbar ist, der Glanz ist wegen der starken Flockung ebenfalls nicht meßbar. Im PE-Lack liefert die Pigmentzubereitung transparente Lackierungen, die Rheologie wird mit 4 bewertet, die Viskosität beträgt 2.3 s und die Metalliclackierung ist farbstark und brillant.
- 55 Mit dem für die Pigmentzubereitung verwendeten handelsüblichen Diketopyrrolopyrrolpigment (C.I. Pigment Red 264) wurde im PE-Lack ebenfalls eine Lackierung hergestellt. Der Vergleich der Lackierungen im PE-Lack ergibt, daß ohne Einsatz eines Pigmentdispersators die Lackierung wesentlich deckender ist, die Rheologie wird lediglich mit 3 bewertet, die Viskosität beträgt 4.5 s und die Metalliclackierung ist farbschwächer und fahl.

## Beispiel 12

- [0080] 272,9 Teile tert-Amylalkohol werden vorgelegt, 80 Teile werden abdestilliert. Dann werden 13,8 Teile Natrium eingetragen. Es wird bei Siedetemperatur solange gerührt, bis das Natrium vollständig umgesetzt ist. Bei 95°C werden 41,7 Teile p-Chlorbenzonitril eingetragen, danach werden 45,5 Teile Bernsteinsäurediisopropylester innerhalb 2 h zugetropft. Es wird zum Sieden erhitzt, 4 h bei Siedetemperatur gerührt und die entstandene Reaktionsmischung auf 60°C abgekühlt. In einem zweiten Rührgefäß werden 100 Teile Wasser und 210 Teile Eis vorgelegt und die Reaktionsmischung auf diese Eiswasservorlage geschüttet. Die entstandene Suspension wird in einem Druckbehälter auf 110°C erhitzt und 5 h bei 110°C gerührt. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur werden 6,3 Teile Presskuchen Pigmentdispersator 39,4 %ig der Formel (XX), hergestellt gemäß Beispiel 1a, zugeben. Nach Erhitzen auf Siedetemperatur wird 2 h bei Siedetemperatur gerührt. Dann wird durch eine Wasserdampfdestillation der tert.-Amylalkohol entfernt, die wässrige Suspension wird filtriert, der Presskuchen wird mit Wasser gewaschen und bei 80°C im Umlaufschrank getrocknet. Man erhält 46,3 g Granulat einer Pigmentzubereitung auf Basis Pigment Red 254. Das Granulat wird auf einer Labormühle pulverisiert.
- 5 Die Pigmentzubereitung liefert im AM-Lack farbstarke Lackierungen. Die Rheologie wird mit 4 bewertet, die Viskosität beträgt 5,1 s. Die Glanzmessung ergibt den Wert 71.
- 10
- 15

## Patentansprüche

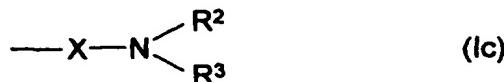
- 20 1. Pigmentzubereitung, gekennzeichnet durch einen Gehalt an
- 25
- a) mindestens einem Diketopyrrolopyrrolpigment oder einem ein Diketopyrrolopyrrolpigment enthaltenden Mischkristall, und
- b) mindestens einem Pigmentdispersator der allgemeinen Formel (I),



35

worin die beiden Reste Z gleich oder verschieden sind und Z die Bedeutung Z<sup>3</sup> oder Z<sup>4</sup> hat, mit der Maßgabe, daß beide Reste Z nicht gleichzeitig Z<sup>4</sup> bedeuten, und worin

40 Z<sup>3</sup> ein Rest der Formel (Ic) ist,



50 R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> worin

gleich oder verschieden sind und ein Wasserstoffatom, eine substituierte oder unsubstituierte, oder teil- oder perfluorierte Alkylgruppe mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen, oder eine substituierte oder unsubstituierte, oder teil- oder perfluorierte Alkenylgruppe mit 2 bis 20 Kohlenstoffatomen darstellen, wobei die Substituenten Hydroxy, Phenyl, Cyano, Chlor, Brom, C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>-Acyl oder C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy sein können, oder

55 R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> zusammen mit dem N-Atom einen gesättigten, ungesättigten oder aromatischen heterocyclischen Ring bilden, der gegebenenfalls ein weiteres Stickstoff-, Sauerstoff- oder Schwefelatom im Ring enthält; und

X einen verzweigten oder unverzweigten C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylenrest oder einen C<sub>5</sub>-C<sub>7</sub>-Cycloalkylenrest bedeutet, der durch 1 bis 4 C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyreste, Hydroxyreste, Hydroxyalkyreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen und/oder durch 1 bis 2 weitere C<sub>5</sub>-C<sub>7</sub>-Cycloalkyreste substituiert sein kann;

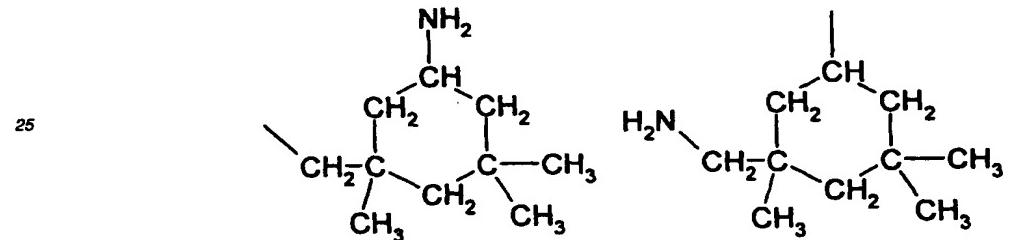
Z<sup>4</sup> Wasserstoff, Hydroxy, Amino, Phenyl, (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>)-Alkyl-phenyl oder C<sub>1</sub>-C<sub>20</sub>-Alkyl ist, wobei der Phenylring und die Alkylgruppe durch ein oder mehrere Substituenten aus der Gruppe Cl, Br, CN, OH, C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>, Carbamoyl, C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>-Acyl und C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxy substituiert sein können, der Phenylring auch durch NR<sup>2</sup>R<sup>3</sup> substituiert sein kann oder die Alkylgruppe perfluoriert oder teitfluoriert ist.

2. Pigmentzubereitung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß X C<sub>2</sub>-C<sub>4</sub>-Alkylen oder Cyclohexylen bedeuten.

3. Pigmentzubereitung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> gleich oder verschieden sind und ein Wasserstoffatom, eine C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylgruppe, eine durch 1 bis 2 Substituenten aus der Gruppe Hydroxy, Acetyl, Methoxy, Ethoxy, Chlor und Brom substituierte C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylgruppe darstellen, oder R<sup>2</sup> und R<sup>3</sup> zusammen mit dem angrenzenden N-Atom einen Imidazolyl-, Piperidinyl-, Morpholinyl-, Pipocolinyl-, Pyrrolyl-, Pyrrolidinyl-, Pyrazolyl- oder Piperazinyl-Ring bilden.

4. Pigmentzubereitung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß Z<sup>3</sup> eine der Bedeutungen -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-NH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>-CH(CH<sub>3</sub>)-NH<sub>2</sub>, -CH<sub>2</sub>-C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>,

20



30

-(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-NH-CH<sub>3</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-N(CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-NH-CH<sub>3</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-NH-CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub> oder -(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>-N(CH<sub>2</sub>-CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub> hat.

35 5. Pigmentzubereitung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß Z<sup>4</sup> Wasserstoff, Amino, Phenyl, Benzyl, mit NR<sup>2</sup>R<sup>3</sup> substituiertes Phenyl oder Benzyl, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkyl oder ein durch 1 bis 2 Substituenten aus der Gruppe Hydroxy, Acetyl, Methoxy und Ethoxy substituiertes C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>-Alkyl ist.

40 6. Pigmentzubereitung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Diketopyrrolopyrrolpigment C.I. Pigment Red 254, C.I. Pigment Red 255, C.I. Pigment Red 264, C.I. Pigment Red 270, C.I. Pigment Red 272, C.I. Pigment Orange 71 oder C.I. Pigment Orange 73 ist.

7. Pigmentzubereitung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, enthaltend

45 i) 40 bis 99 Gew.-%, vorzugsweise 70 bis 98 Gew.-%, der Komponente a),  
ii) 1 bis 40 Gew.-%, vorzugsweise 2 bis 30 Gew.-%, mindestens eines Pigmentdispersators gemäß b) der Formel (I),  
iii) 0 bis 20 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 15 Gew.-%, an oberflächenaktiven Mitteln und  
iv) 0 bis 20 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 10 Gew.-%, an üblichen Zusatzstoffen, wobei die Anteile der jeweiligen Komponenten auf das Gesamtgewicht der Zubereitung (100 Gew.-%) bezogen sind.

50 8. Verfahren zur Herstellung einer Pigmentzubereitung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man den oder die Pigmentdispersatoren gemäß b) der Formel (I) sowie das Pigment gemäß Komponente a) miteinander mischt oder an einem beliebigen Zeitpunkt ihres Herstellungsprozesses aufeinander einwirken läßt.

55 9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß der oder die Pigmentdispersatoren gemäß b) der Formel (I) vor oder nach der Synthese des Pigments der Komponente a); nach einer Feinverteilung des Pigments der

Komponente a), oder nach einem Finish des Pigments der Komponente a) zugegeben werden.

10. Verfahren nach Anspruch 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, daß der oder die Pigmentdispergatoren gemäß b) und/oder das Pigment der Komponente a) in Form eines wasserfeuchten Preßkuchens zusammengegeben werden, oder als trockene Granulate oder Pulver miteinander vermischt werden.

11. Verwendung einer Pigmentzubereitung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7 als Farbmittel zum Pigmentieren von hochmolekularen organischen Materialien, unten und Druckfarben, insbesondere Kunststoffe, Harze, Lacke, Anstrichfarben, elektrophotographische Toner und Entwickler, Pulverlacke und Ink-Jet-Tinten.

12. Pigmentpräparation, bestehend im wesentlichen aus einer Pigmentzubereitung gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, einem hochmolekularen organischen Material, insbesondere einem Lack, und gegebenenfalls oberflächenaktiven Mitteln.

15

20

25

30

35

40

45

50

55